

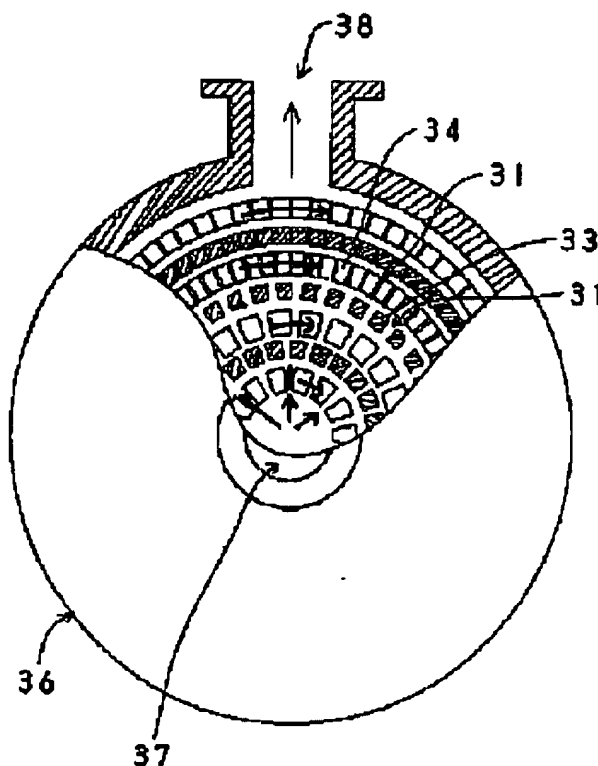
PRODUCTION OF HIGH-CONCENTRATION AQUEOUS ASPHALT EMULSION

Patent number: JP7228783
Publication date: 1995-08-29
Inventor: AGAWA SETSUO; MATAGAWA KYOSUKE; YAMAZAKI HISAO
Applicant: NITTETSU MINING CO LTD;; KYUSHU SEKIYU KK
Classification:
- **international:** C08L95/00; B01F3/08
- **european:**
Application number: JP19940040604 19940216
Priority number(s): JP19940040604 19940216

Report a data error here

Abstract of JP7228783

PURPOSE: To mass produce an aqueous asphalt emulsion containing fine asphalt particles having a small mean particle diameter and excellent stability in a high concentration. **CONSTITUTION:** Molten asphalt having lowered viscosity by heating and an aqueous solution (emulsion) containing additives including a surfactant are fed into an emulsifying machine provided with a multistage annular stator 33 having slits and a multistage annular rotor 34 having slits and being coaxial with and in engagement with the stator 33, and are emulsified under such conditions that the liquid in the machine is heated to an average temperature sufficient to keep the viscosity of the asphalt at 20000cP or below, and the pressure inside the machine is increased to at least a value at which the liquid can be prevented from being boiled, and the obtained emulsification is quickly cooled to the storage temperature.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-228783

(43) 公開日 平成7年(1995)8月29日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 95/00	L S N			
B 0 1 F 3/08		A		

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-40604

(22) 出願日 平成6年(1994)2月16日

(71) 出願人 000227250

日鉄鉱業株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目3番2号

(71) 出願人 390039745

九州石油株式会社

東京都千代田区内幸町2丁目1番1号

(72) 発明者 阿川 節雄

東京都三鷹市下連雀8丁目10番16号 日鉄
鉱業株式会社内

(72) 発明者 俣川 恭輔

東京都三鷹市下連雀8丁目10番16号 日鉄
鉱業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 太田 恵一

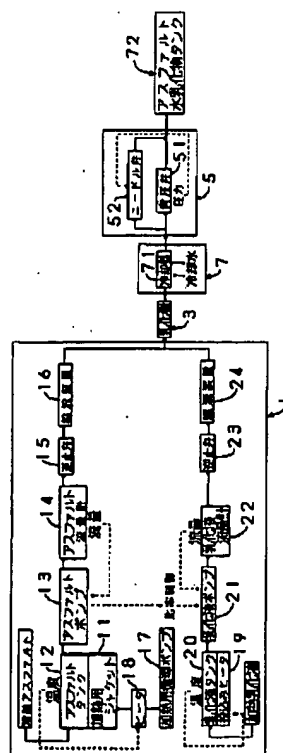
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高濃度アスファルト水乳化物の製造方法

(57) 【要約】

【構成】 加熱により粘度を低下させた溶融アスファルトと、界面活性剤を含む添加剤の水溶液（乳化液）を、スリットを有する多段リング状固定子と、該多段リング状固定子に組み合う同じくスリットを有する多段リング状回転子とを同軸上に備えた乳化機に供給し、乳化機内の流体の平均温度をアスファルトの粘度が20000 c p 以下になる温度以上とし、かつ、乳化機の内部を加圧し、沸騰を防止し得る圧力以上に保った状態で乳化させ、その操作により得られたアスファルト水乳化物を、急速に貯蔵温度まで冷却する。

【効果】 平均粒径が小さく安定性に優れたアスファルト微粒子を高濃度に含有したアスファルト水乳化物を、大量に製造できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 加熱により粘度を低下させた溶融アスファルトと、界面活性剤を含む添加剤の水溶液（乳化液）を、スリットを有する多段リング状固定子と、該多段リング状固定子に組み合う同じくスリットを有する多段リング状回転子とを同軸上に備えた乳化機に供給し、乳化機内の流体の平均温度をアスファルトの粘度が20000c p以下になる温度以上とし、かつ、乳化機の内部を加圧し、沸騰を防止し得る圧力以上に保った状態で乳化させ、その操作により得られたアスファルト水乳化物を、急速に貯蔵温度まで冷却する事を特徴とする、高濃度アスファルト水乳化物の製造方法。

【請求項2】 乳化機の操作により得られたアスファルト水乳化物のアスファルト含有量が、65重量%以上である、請求項1記載の高濃度アスファルト水乳化物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

【0002】 本発明はアスファルト水乳化物の製造方法に関する。

【0003】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

【0004】 オイルサンド油、天然ピチューメン、および石油アスファルトなどの重質油は、軟化点が常温以上で、常温では粘度が数万c p以上の固体ないしは半固体なため、常温の輸送、取り扱いが困難のため、用途が制限されている。

【0005】 資源的には、これら重質油は、カナダ、メキシコ、ベネズエラ、中国、ロシアなどに広く分布しており、石油以上の埋蔵量を有している。

【0006】 また、石油自体も今後重質油化する傾向にあり、さらに、原油精製工程から発生するアスファルトも増加しているので、これらアスファルトの需要拡大が求められている。

【0007】 常温で取り扱いが困難なオイルサンド油、天然ピチューメン、および石油アスファルトなどの重質油は、乳化によって水中油滴型（O/W）の乳化物とすることにより、粘度が下がるので、常温でも取り扱いが容易になる。

【0008】 例えば、アスファルトを水中に乳化分散させた道路用のアスファルト乳剤は、既に商品化されている。

【0009】 また、重質油を水乳化物にすることで、粘度低下以外にも、燃料用として利用する場合に、燃焼排出ガス中のNO_x、ばいじんの低下に有効なことが知られている。

【0010】 従来より、道路用のアスファルト乳化剤は、重質油と、水と界面活性剤を主体とする乳化液とを混合し、ハレル型ホモジナイザーやコロイドミルの乳

化機を用いて製造されている。

【0011】 ハレル型ホモジナイザーやコロイドミルは、ケーシング中に固定子と回転子とを供えたもので、回転子を回転させて、固定子と回転子との間の微細な隙間へ原料を流すことで、原料に強いせん断力とズリ応力を与え、界面で原料を激しく引き裂くものである。

【0012】 コロイドミルやハレル型ホモジナイザーの場合、平均粒子径10μm以下の安定性に優れた微粒子を得るためには、固定子と回転子の空隙部の間隙を100μmより小さくすると同時に接触面積を大きくする必要があるが、同時に処理量が低下してしまうので、装置の処理能力を考慮すると、10トン/時間程度以上、製造することは困難である。

【0013】 しかし、アスファルトを水乳化物として燃料用途に供するには、アスファルトを高濃度で含有するアスファルト水乳化物を安価で大量に製造する事が要求され、この要求に答えられる経済的なアスファルト水乳化物の製造方法は今まで開発されていなかった。

【0014】 燃料用、道路用いずれの用途においても、アスファルトの含有量は大きいことが望ましい。勿論、燃料用の場合特に水は燃焼を阻害し、かつ熱量を低下するので、少ないことが望ましい。アスファルト含有量が増加すると油粒子の合体が起き易く、貯蔵安定性、輸送安定性に問題が生じる。

【0015】 道路用アスファルト乳剤の場合には、アスファルト含有量が65%以上のものが商品化されることはなかった。

【0016】 一般に、液体燃料の噴霧燃焼における燃焼速度は、油滴粒径に反比例することがわかっている。

【0017】 バーナーで噴霧状にされた燃料中の油滴の燃焼は、その中に含まれる成分の蒸発や熱分解によって、油滴から可燃性気体が生成され、この気体が空気中の酸素と結合して拡散燃焼を起こしている。

【0018】 アスファルト水乳化物を燃料として使用する際には、乳剤製造段階において油滴粒径を出来る限り小さくしておくことが重要であり、液体燃料として完全燃焼させるための油滴粒径としては、10μm以下のいわゆるエロゾル微粒子が最適であるといわれている。

【0019】 また、一般に油滴粒子を小さくすると貯蔵安定性、水安定性に優れたものが出来るといわれている。

【0020】 従って、平均粒径が小さく安定性に優れたアスファルト微粒子を高濃度に含有したアスファルト水乳化物を、大量に製造できる方法の開発が望まれていた。

【0021】

【課題を解決するための手段】

【0022】 本発明者らは、上記の課題を解決するために、アスファルトの供給温度、乳化液の供給温度、乳化温度、乳化機の圧力、乳化機の構造、乳化機の種類、ア

スファルト水乳化物の冷却速度、温度等の要素について、種々検討を重ねた結果、本発明を完成するに至った。

【0023】すなわち、本発明の課題を解決するための手段は、下記のとおりである。

【0024】第1に、加熱により粘度を低下させた溶融アスファルトと、界面活性剤を含む添加剤の水溶液（乳化液）を、スリットを有する多段リング状固定子と、該多段リング状固定子に組み合わせ同じくスリットを有する多段リング状回転子とを同軸上に備えた乳化機に供給し、乳化機内の流体の平均温度をアスファルトの粘度が20000cp以下になる温度以上とし、かつ、乳化機の内部を加圧し、沸騰を防止し得る圧力以上に保った状態で乳化させ、その操作により得られたアスファルト水乳化物を、急速に貯蔵温度まで冷却する事を特徴とする、高濃度アスファルト水乳化物の製造方法。

【0025】第2に、乳化機の手操作により得られたアスファルト水乳化物のアスファルト含有量が、65重量%以上である、上記第1に記載の高濃度アスファルト水乳化物の製造方法。

【0026】ここで、アスファルトとは、石油アスファルトだけでなく、常温で取り扱いが困難なオイルサンド油、天然ピチューメン、コールタールピッチ、改質アスファルトなどの重質油も含まれる。

【0027】スリットとは、溶融アスファルトと乳化液の混合物（以下、混合液という）が通る空間（チャンバー）を形成するものであればよいので、具体的形状がスリット状である以外にも、細孔等のようにスリットの役割を果たすものも含まれる。

【0028】また、アスファルトの粘度を20000cp以下とするには、温度を85℃以上に設定することが好ましい。

【0029】乳化機としては、スリットまたは細孔による空間（チャンバー）を有する多段リング状固定子と、同じくチャンバーを有し、多段リング状固定子に組み合わせ多段リング状回転子とを同軸上に備え、多段リング状回転子が高速回転することで、混合液を軸心部からチャンバーを経て遠心方向に流すことにより、多段リング状回転子と多段リング状固定子との間に発生する高せん断力と、高周波レベルの圧力変動（キャピテーション）と、多段リング状回転子と多段リング状固定子との間の微細な隙間へ混合液を流すことにより生ずる強いズリ応力とを利用して乳化分散を行うものを利用する。

【0030】なお、上記の多段リング状固定子を備えた乳化機は、従来のハレル型乳化機・コロイドミルでは平均粒径10μm以下の粒子を得るために回転子と固定子の隙間を100μm以下にせねばならないのに対し、250μm程度で済むので、製作上の問題が少なく大型化が可能である。

【0031】

【実施例1】

【0032】以下、本発明の一実施例について、図面を参照しながら説明する。

【0033】図1は、本発明に係るアスファルト水乳化物の製造工程の概略図、図2は、本発明に係る乳化機の縦断概略図、図3は、図2のY-Y線断面図、図4は、本発明に係る乳化機の要部の拡大図である。

【0034】図1に示すように、アスファルト水乳化物の製造装置は、溶融加熱されたアスファルトと加熱された乳化液とを混合し混合液とをする混合手段1と、混合手段1による混合液を乳化しアスファルト水乳化物とする乳化機3と、乳化機3の内圧を調節する内圧調節手段5と、乳化機3によって乳化されたアスファルト水乳化物を冷却する冷却手段7とを備えたものである。

【0035】混合手段1は、アスファルト供給系統と乳化液供給系統とを別々に設けたもので、アスファルト供給系統の溶融されたアスファルトと乳化液供給系統の加熱された乳化液とは、乳化機3に供給される直前で接触混合される。

【0036】アスファルト供給系統は、加熱用ジャケット11付きアスファルトタンク12と、アスファルトポンプ13と、アスファルト流量計14と、逆止弁15と、縮流装置16とを、順次接続したものである。

【0037】加熱用ジャケットタンク11は、加熱用循環ポンプ17とヒータ18を介して閉回路を構成し、加熱油を循環させるものである。

【0038】また、乳化液供給系統は、投込みヒータ19付きの乳化液タンク20と、乳化液ポンプ21と、乳化液流量計22と、逆止弁23と、縮流装置24とを、順次接続したものである。

【0039】混合手段1で採用するポンプは、容積式ポンプであり、通常、ロータリーポンプ、ベーンポンプ、ギアポンプなどを使用する。

【0040】アスファルト供給系統の逆止弁15及び乳化液供給系統の逆止弁23は、アスファルト供給系統と乳化液供給系統との相互干渉と、各系統における原料の逆流を防止する。

【0041】アスファルト供給系統の縮流装置16及び乳化液供給系統の縮流装置24は、各系統における各原料の流路を絞り、配管内における各原料の流通速度を大きくすることで、アスファルトと乳化液とを、乳化機3に供給する直前で急速に混合する。

【0042】上記の混合手段1では、アスファルトタンク12の温度によって、加熱用ジャケット11、加熱用循環ポンプ17、ヒータ18のスイッチのオン・オフを行うことで、溶融されたアスファルトの温度を調節する。

【0043】また、乳化液タンク20内の乳化液の温度によって、投込みヒータ19をオン・オフすることで、乳化液の温度を調節する。

5

【0044】そして、アスファルトと乳化液との比率及び供給速度は、アスファルト水乳化物の製造量と比率を設定した後、アスファルト流量計14と乳化液流量計22からの信号を受けて、各々のポンプの回転数を調節することで行う。

【0045】乳化機3は、詳細には、図2～図4に示すように、スリット31による空間（チャンバー）を有する櫛歯状の多段リング状固定子33と、同じくチャンバーを有し、多段リング状固定子33に組み合う多段リング状回転子34とを同軸上に備え、多段リング状回転子34が高速回転することで、混合液を軸心部35からチャンバーを経て遠心方向に流すことにより、多段リング状回転子34と多段リング状固定子33との間に発生する高せん断力と、高周波レベルの圧力変動と、多段リング状回転子34と多段リング状固定子33との間の微細な隙間へ混合液を流すことにより生ずる強いズリ応力とを利用して乳化分散を行うものである。

【0046】多段リング状固定子33と多段リング状回転子34は、円筒状函体36に納められている。

【0047】円筒状函体36には、軸心部35に、混合手段1から供給される混合液の注入口37が形成され、上部に、乳化処理後のアスファルト水乳化物の取出口38が形成されている。

【0048】軸心部35は、図示は省略するが、駆動部によって回転するものである。

【0049】図4に示すように、多段リング状固定子33は、各歯33aを所定間隙G、gで径の異なる環状に配列したものであり、多段リング状回転子34は、円板体の一側面に平面円弧状の歯34aを径の異なる環状に形成したものであり、歯34aは多段リング状固定子33の半径方向の間隙G間に位置している。

【0050】ここで、多段リング状固定子33の各歯33aの円周方向の間隙gは、極めて微少に設定されており、また、隣接する段の歯33aとの間隙Gには、多段リング状回転子34の歯34aが位置するので、半径方向（軸方向）の間隙も極めて微少になっている。

【0051】多段リング状回転子34を高速回転させることにより、該多段リング状回転子34のスリット31の混合液は、遠心力により、一番内側の段の多段リング状固定子33の歯33aに押しつけられた後、多段リング状固定子33のスリット31に入り解放される。

【0052】このとき混合液は、多段リング状回転子34と多段リング状固定子33とにより、強いせん断力を加えられるとともに、高周波レベルの圧力変化を受ける。

【0053】また、混合液の一部は、多段リング状固定子33と多段リング状回転子34の軸方向、および半径方向の空隙部に入り、ズリ応力が加えられた後、多段リング状固定子33のスリット31に入る。

【0054】多段リング状固定子33の内側の段の歯3

6

3aのスリット31の混合液は、後に続く混合液により押し込まれ、外側の段に位置する多段リング状回転子34のスリット31に入る。

【0055】これを繰り返しながら、混合液は円周方向に移動し、乳化分散が完了する。

【0056】従って、注入口37から注入された混合液は、多段リング状回転子34の高速回転による遠心力で、流動が加えられ、多段リング状固定子33のスリット31を通過するとき、混合液が封じ込まれ、更に外側の段の歯によって解放される圧力変化動作（キャビテーション）を瞬間的に繰り返し、両者の微小間隙により、せん断乳化が行われる。

【0057】このようにして、混合液の封じ込めと解放によるせん断および圧力変化は、極めて効率的な乳化作用を与える。

【0058】なお、上記のような構成を備えた乳化機としては、例えば、日鉄鉱業（株）のキャピترون（商品名）がある。

【0059】キャピترون（商品名）CD1010型の具体的仕様を、下記に示す。

【0060】多段リング状回転子は、4段で外径35～74mmである。

【0061】多段リング状回転子のスリット数は、12～72で、スリット幅は3.0～0.6mmである。

【0062】多段リング状固定子は、3段で外径46～68mmである。

【0063】多段リング状固定子のスリット数は、24～72で、スリット幅は2.0～0.6mmである。

【0064】内圧調節手段5は、乳化機3によって乳化されたアスファルト水乳化物の取出口38に接続された配管の先端側に、背圧弁51とニードル弁52とを並列管路でつないだものである。

【0065】背圧弁51は、乳化機3の内圧を設定値に保持する能力を有するもので、圧力設定値は、連続的に変化可能な構造である。

【0066】内圧の調節は、乳化機3の内圧が所定の圧力以上になるように、乳化機3の処理量に応じてニードル弁52を絞っておいてから、背圧弁51の圧力を設定することで行う。

【0067】例えば、乳化機3の内圧が上がり過ぎた場合には、背圧弁51から液状の混合物の一部を逃がすことで、乳化機3の内圧を設定した一定値に保つ。

【0068】冷却手段7は、冷却水によって冷却される冷却器71によってなる。

【0069】冷却器71の一端は、乳化機3の取出口38に接続されている。

【0070】乳化機3によって乳化されたアスファルト水乳化物は、冷却器71によって、50℃程度に冷却された後に、アスファルト水乳化物タンク72に入る。

【0071】上記の乳化機3は、従来のコロイドミルや

ハレル型ホモジナイザーなどに比して、円筒状函体36内の容積を立体的に活用できるため、接触部の面積を大きくすることができ、また、ズリ応力だけでなくせん断力、高周波レベルの圧力変化を併用できるので、接触部の間隙を極端に小さくする必要がないため、製作上の問題が少なく大型化が可能なものである。

【0072】なお、重質油、水乳化物の油滴の微粒化は、原料の粘度が小さい方が容易となる。

【0073】一方、重質油の粘度は温度上昇により減少するので、重質油の乳化分散は温度が高い方がよい。

【0074】もちろん水が蒸発するので、加圧下で乳化分散を行うことが望ましい。

【0075】上記の設定を基にして、次の条件により、実際にアスファルト水乳化物を製造した。

【0076】アスファルトとして、原油精製工程から得たストレートアスファルトを用い、乳化液として、全乳化物に対して、ノニオン系界面活性剤を0.4%、アニオン系界面活性剤を0.2%添加したものを用いた。

【0077】また、アスファルトの性状は、比重1.03、粘度は85℃にて40000cp、100℃にて4000cp、120℃にて1000cpであり、軟化点46℃、引火点358℃であった。

【0078】原料比率は、アスファルト：乳化液＝70：30であった。

【0079】原料温度は、アスファルトが140℃、アスファルト混合前の乳化液が60℃であった。

【0080】そして、上記の乳化機3について、多段リング状回転子と多段リング状固定子の間隙を、軸方向600μm（スリット間隔）、円周方向250μmとし、回転数1120rpm（周速44mm/秒）で運転した。

【0081】この際、混合液の供給速度（処理量）は、200kg/時間であり、乳化機3の内部圧力は、3.2kg/cm²であり、混合液の平均温度は100℃であり、アスファルトのこの温度における粘度は4000cpであった。

【0082】

【実施例2】

【0083】乳化機3の内部圧力を、3.0kg/cm²とし、混合液の平均温度が85℃となるようにする以外は、上記実施例1と同様の条件で、アスファルト水乳化物を製造した。

【0084】なお、混合液の温度85℃におけるアスファルトの粘度は、15000cpであった。

【0085】

【比較例1】

【0086】乳化機3の内部を加圧することなしに、混合液の平均温度が100℃となるようにする以外は、上記実施例1と同様の条件で、アスファルト水乳化物を製造した。

【0087】

【比較例2】

【0088】乳化機3の内部を加圧することなしに、混合液の平均温度が85℃となるようにする以外は、上記実施例1と同様の条件で、アスファルト水乳化物を製造した。

【0089】

【比較例3】

【0090】乳化機として、下記のハレル型ホモジナイザーを使用し、下記の条件以外は、上記の実施例1と同様の条件で、アスファルト水乳化物を製造した。

【0091】回転子と固定子の間隙は、50μmである。回転数は、10000rpm（周速65m/秒）である。混合液の供給速度は、10kg/時間である。内部圧力は、開放である。内部温度は、90℃である。

【0092】

【試験例】

【0093】上記実施例1で得たアスファルト水乳化物（本発明品1）、実施例2で得たアスファルト水乳化物（本発明品2）、比較例1～比較例3で得たアスファルト水乳化物（比較品1～比較品3）について、下記のような試験を行った。

【0094】各アスファルト水乳化物について、目開き32μmと150μmの篩いによる篩分試験をした。

【0095】篩分試験の結果は、本発明品1、本発明品2、比較品3については、32μm、150μmの両方の篩を通過した。

【0096】比較品1は、150μmの篩は通過したが32μmの篩は通過しなかった。

【0097】比較品2は、150μm、32μmの両方の篩を通過しなかった。

【0098】次に、32μmの篩を通過したもの、即ち、本発明品1、本発明品2、比較品3について、レーザー回折式粒度測定装置により粒径分布を求めた。

【0099】結果を表1に示す。

【0100】

【表1】

表1

	粒 径 分 布 (μm)			
	10%	50%	90%	平均粒径
本発明品1	0.6	2.7	8.1	3.7
本発明品2	1.2	6.5	15.0	8.6
比較品3	2.2	8.1	15.9	9.6

【0101】表1の結果によると、本発明品1及び本発明品2は、ハレル型ホモジナイザーを使用した比較品3より、平均粒径が小さいものであることがわかる。

【0102】

【発明の効果】

【0103】本発明によれば、平均粒径が小さく安定性に優れたアスファルト微粒子を高濃度に含有したアスフ

アルト水乳化物を、大量に製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係るアスファルト水乳化物の製造工程の概略図

【図2】 本発明に係る乳化機の縦断概略図

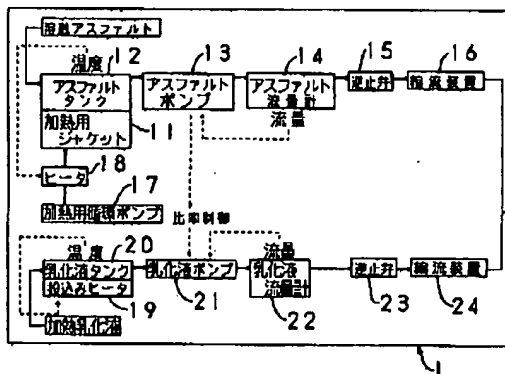
【図3】 図2のY-Y線断面概略図

【図4】 本発明に係る乳化機の要部の拡大図

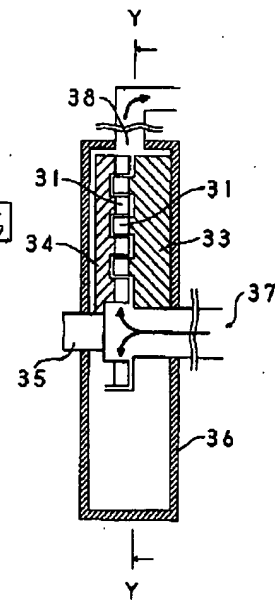
【符号の説明】

- | | |
|--------------|------------------|
| 1 混合手段 | 19 投込みヒータ |
| 3 乳化機 | 20 乳化液タンク |
| 5 内圧調節手段 | 21 乳化液ポンプ |
| 7 冷却手段 | 22 乳化液流量計 |
| 11 加熱用ジャケット | 23 逆止弁 |
| 12 アスファルトタンク | 24 縮流装置 |
| 13 アスファルトポンプ | 31 スリット |
| 14 アスファルト流量計 | 33 多段リング状固定子 |
| 15 逆止弁 | 33a 歯 |
| 16 縮流装置 | 10 34 多段リング状回転子 |
| 17 加熱用循環ポンプ | 34a 歯 |
| 18 ヒータ | 35 軸心部 |
| | 36 円筒状函体 |
| | 37 注入口 |
| | 38 取出口 |
| | 51 背圧弁 |
| | 52 ニードル弁 |
| | 71 冷却器 |
| | 72 アスファルト水乳化物タンク |

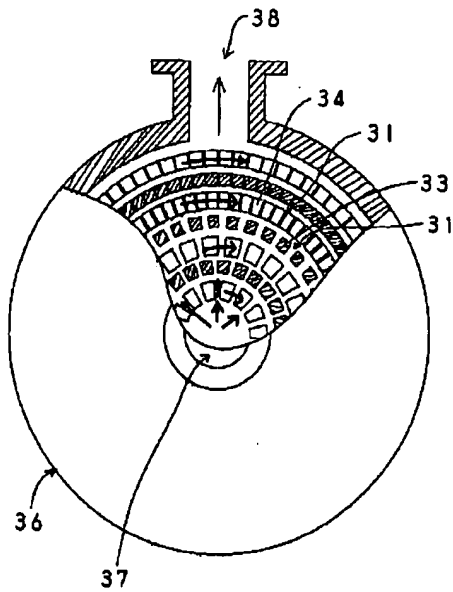
【図1】



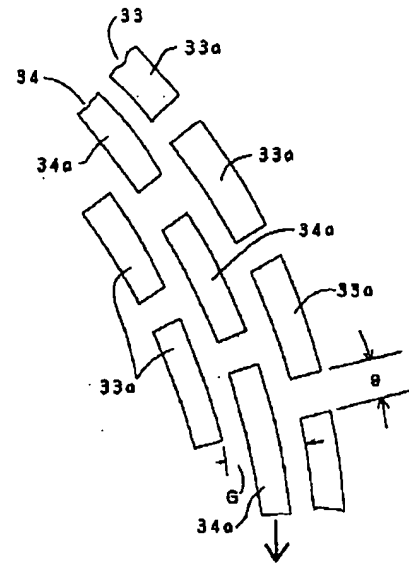
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 山崎 久夫
東京都東大和市向原3丁目816番地68号